


[my account](#) [learning center](#) [patent cart](#) [document ca](#)

home

research ▾

patents ▾

alerts ▾

documents ▾

## Format Examples

## US Patent

US6024053 or 6024053

## US Design Patent

D0318249

## US Plant Patents

PP8901

## US Reissue

RE35312

## US SIR

H1523

## US Patent Applications

20020012233

## World Patents

WO04001234 or WO2004012345

## European

EP1067252

## Great Britain

GB2018332

## German

DE29980239

## Nerac Document Number (NDN)

certain NDN numbers can be used for patents

[view examples](#)6.0 recommended  
Win98SE/2000/XP

## Patent Ordering

[help](#)

Enter Patent Type and Number: optional reference note

GO

☐ Add patent to cart automatically. If you uncheck this box then you must *click on* Publication number and view abstract to Add to Cart.

38 Patent(s) in Cart

## Patent Abstract

[Already in cart](#)

EPB 1985-04-24 0071790/EP-B1

**Fluoromethylthiobenzoyl fluorides and process for preparing them****INVENTOR-** Varwig, Juergen, Dr. Am Goetzenberg 1 D-6900 Heidelberg DE**INVENTOR-** Hamprecht, Gerhard, Dr. Rote-Turm-Strasse 28 D-6940 Weinheim DE**CITATION INFORMATION-** 02117650/DE-A;  
00039157/EP-A1**PATENT ASSIGNEE-** BASF Aktiengesellschaft Carl-Bosch-Strasse 38 67063 Ludwigshafen DE **DESIGNATED****COUNTRIES-** BE, CH, DE, FR, GB, LI**PATENT NUMBER-** 00071790/EP-B1**PATENT APPLICATION NUMBER-** 82106332.8**DATE FILED-** 1982-07-15**PUBLICATION DATE-** 1985-04-24**PATENT PRIORITY INFORMATION-** 3130436, 1981-08-01, DE**INTERNATIONAL PATENT CLASS-** C07C14940;  
C07C14800**PUBLICATION-** 1983-02-16; 1983-02-16; 1985-04-24, B1, Granted patent**SECONDARY TYPE CITATION-** Chemical Abstracts, Band 49, Nr. 12, 25 Juni 1955, Columbus, Ohio, USA, L.M.

YAGUPOL'SKII et al.: "Phenyl trifluoromethyl sulfides and phenyl trifluoromethyl sulfones with substituents in the p-position" Spalte 8172d &amp; Zhur. Obshechi Khim. Band 24, 1954, Seiten 887 bis 894; HOUBEN WEYL, "Methoden der organischen Chemie" 4. Auflage, Band V/3

BEST AVAILABLE COPY

"Halogenverbindungen" 1962, GEORG THIEME VERLAG,  
Stuttgart, Seiten 119 bis 123

**FILING LANGUAGE-** GER

**PROCEDURE LANGUAGE-** GER

**DESIGNATED COUNTRY-** BE, CH, DE, FR, GB, LI

**LANGUAGE-** GER    NDN- 080-0004-3611-5

NO-ABSTRACT

NO-DESCRIPTORS

 **proceed to checkout**

Nerac, Inc. One Technology Drive . Tolland, CT

Phone (860) 872-7000 Fax (860) 875-1749

©1995-2003 All Rights Reserved . [Privacy Statement](#) . [Report a Problem](#)

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTSCHRIFT**

④⑤ Veröffentlichungstag der Patentschrift :  
**24.04.85**

⑤① Int. Cl.<sup>4</sup> : **C 07 C149/40, C 07 C148/00**

②① Anmeldenummer : **82106332.8**

②② Anmeldetag : **15.07.82**

⑤④ **Neue Fluormethylthiobenzoylfluoride und Verfahren zu ihrer Herstellung.**

③⑩ Priorität : **01.08.81 DE 3130436**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung :  
**16.02.83 Patentblatt 83/07**

④⑤ Bekanntmachung des Hinweises auf die Patenter-  
teilung : **24.04.85 Patentblatt 85/17**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten :  
**BE CH DE FR GB LI**

⑤⑥ Entgegenhaltungen :  
**EP-A- 0 039 157**  
**DE-A- 2 117 650**  
**HOUBEN WEYL "Methoden der organischen Chemie"**  
**4. Auflage, Band V/3 "Halogenverbindungen" 1962,**  
**GEORG THIEME VERLAG, Stuttgart Seiten 119 bis**  
**123**  
**Chemical Abstracts Band 49, Nr. 12 25 Juni 1955**  
**Columbus, Ohio, USA L.M. YAGUPOL'SKII et al.**  
**"Phenyl trifluoromethyl sulfides and phenyl trifluoro-**  
**methyl sulfones with substituents in the p-position"**  
**Spalte 8172d**  
**Die Akte enthält technische Angaben, die nach dem**  
**Eingang der Anmeldung eingereicht wurden und die**  
**nicht in dieser Patentschrift enthalten sind.**

⑦③ Patentinhaber : **BASF Aktiengesellschaft**  
**Carl-Bosch-Strasse 38**  
**D-6700 Ludwigshafen (DE)**

⑦② Erfinder : **Varwig, Juergen, Dr.**  
**Am Goetzenberg 1**  
**D-6900 Heidelberg (DE)**  
Erfinder : **Hamprecht, Gerhard, Dr.**  
**Rote-Turm-Strasse 28**  
**D-6940 Weinheim (DE)**

Anmerkung : Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents im Europäischen Patentblatt kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99(1) Europäisches Patentübereinkommen).

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft neue Fluormethylthiobenzoylfluoride und ein Verfahren zu ihrer Herstellung durch Umsetzung von Trichlormethylthiobenzoylchloriden mit Fluorwasserstoff bei 10 bis 130 °C.

Darstellungen von Trifluormethylphenylsulfiden aus den entsprechenden Trichlor-Verbindungen mit Hilfe von Antimontrifluorid oder Fluorwasserstoff sind bekannt (C.A. 49, (1955) Nr. 12, Spalte 8 172 g ; FR-PS 820 796).

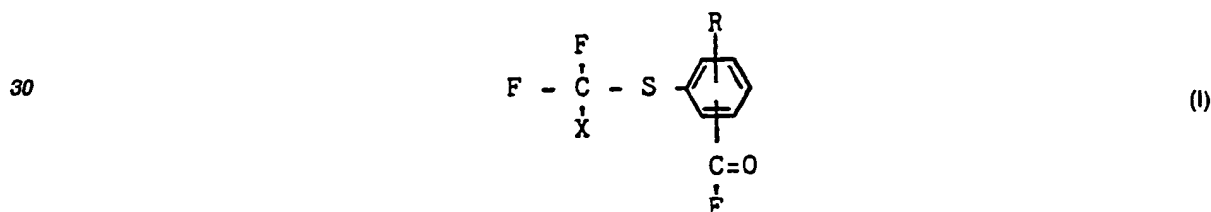
Die Darstellung von Trifluormethylthio-substituierten Benzoylchloriden wird bisher auf umständlichem Wege über das aus dem Trifluormethylthionitrobenzol durch Reduktion hergestellte Anilinderivat, das weiter zum entsprechenden Benzonitril und der Benzoesäure umgesetzt und anschließend mit Thionylchlorid chloriert wird, durchgeführt (C.A. loc. cit.).

Weitere Methoden zu Trifluormethylthiobenzoesäurederivaten, die jedoch bis zur Stufe der Säurechloride noch weiteren Reaktionsschritten unterworfen werden müssen, beinhalten die Umsetzung von Jod- oder Brom-substituierten Nitrobenzolen oder Benzoesäureestern mit Quecksilber- oder Kupfertrifluormethylsulfid (US-PS 4 020 169 J. Org. Chem. 41, 1 644 (1976)). Die für die Reaktionen notwendigen Quecksilberverbindungen sind teuer und giftig, sowie umständlich über das Trichlormethylthiosulfenylchlorid herzustellen. Das Kupfertrifluormethylsulfid wird aus der Quecksilberverbindung synthetisiert.

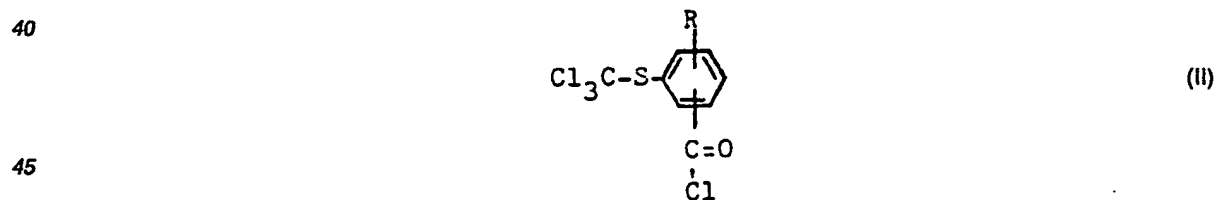
Es ist aus Houben-Weyl, Methoden der organischen Chemie, 4. Auflage (1962), Seite 123, bekannt, daß Trichlormethylphenyl-äther mit Flußsäure in die Difluor-chlor-methyl- und Trifluormethylverbindungen überführt werden können, z. B. durch Umsetzung bei 120-160 °C und unter einem Druck von 41-51 bar. Auch Thioäther, z. B. Trichlormethyl-phenyl-sulfid bei 50-100 °C, können mit Flußsäure fluoriert werden.

Das in der deutschen Offenlegungsschrift 21 17 650 beschriebene Verfahren liefert Fluormethoxybenzoylfluoride und zwar nur Mono- und Difluorverbindungen durch Umsetzung entsprechender Trichlormethoxybenzoylchloride bei 60 bis 130 °C unter Druck. Es wird angegeben, daß erst eine Umsetzung um etwa 130 °C einen gewissen Anteil an der Trifluorverbindung liefert. Beispiel 5 zeigt, daß bei 29-94 °C ein Gemisch von Mono- (11,8 %), Di- (79,6 %) und Trifluorverbindungen (5,6 %) entsteht.

Es wurde nun gefunden, daß man Fluormethylthiobenzoylfluoride der Formel



worin X ein Chloratom oder ein Fluoratom bedeutet, R ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom oder einen aliphatischen Rest bezeichnet, vorteilhaft erhält, wenn man Trichlormethylthiobenzoylchloride der Formel

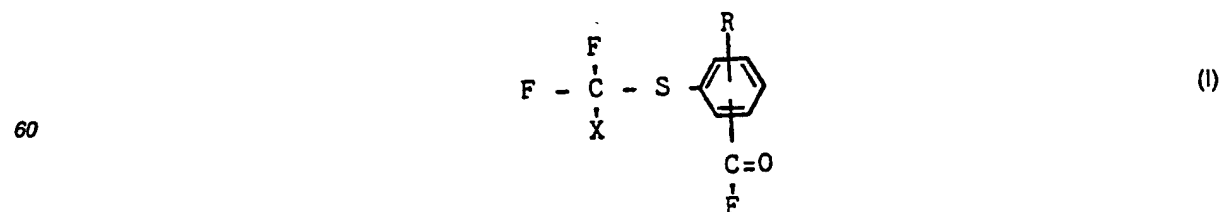


worin R die vorgenannte Bedeutung besitzt, mit 1,2 bis 100 Mol Fluorwasserstoff je Mol Ausgangsstoff II

a) zur Herstellung der Trifluormethylthiobenzoylfluoride mit einer Temperatur von 40 bis 130 °C und einem Druck von 2 bis 30 bar oder

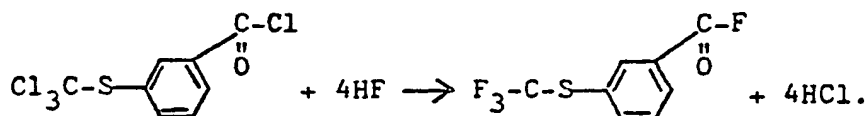
b) zur Herstellung der Difluormonochlormethylthiobenzoylfluoride zwischen 10 und 40 °C und einem Druck von 1 bis 10 bar umgesetzt.

Weiterhin wurden die neuen Fluormethylthiobenzoylfluoride der Formel



worin X ein Chloratom oder ein Fluoratom bedeutet, R ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom oder einen aliphatischen Rest bezeichnet, gefunden.

Die Umsetzung kann im Falle der Verwendung von m-Trichlormethylthiobenzoylchlorid durch die folgenden Formeln wiedergegeben werden :



Im Hinblick auf den Stand der Technik liefert das Verfahren nach der Erfindung auf einfachem und wirtschaftlichem Wege die neuen Fluormethylthiobenzoylfluoride in guter Ausbeute und Reinheit. Alle diese vorteilhaften Eigenschaften sind mit Bezug auf den Stand der Technik überraschend.

Es ist überraschend, daß die beim erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Ausgangsstoffe erheblich reaktiver sind und selektiver als die Sauerstoff-Verbindungen (DE-A-2 117 650) reagieren. So wurde nach Beispiel 1 und 2 (DE-A-2 117 650) bei einer Reaktionstemperatur von 90-100 °C aus 3-Trichlormethoxybenzoylchlorid nahezu ausschließlich 3-Difluorchlormethoxybenzoylfluorid erhalten, also nur teilweise Fluor eingeführt, während nach dem erfindungsgemäßen Verfahren der Ausgangsstoff bereits bei tieferen Temperaturen (70 °C) das vollständig fluoridierte 3-Trifluormethylthiobenzoylfluorid liefert (Beispiel 1). Der teilweise fluoridierte Endstoff, z. B. das p-Chlordifluormethylthiobenzoylfluorid, wird erfindungsgemäß (Beispiel 3) in vergleichbarer Ausbeute von 82 % bereits bei 20 °C erhalten. Beispiel 3 von DE-A-2 117 650 im Vergleich mit Beispiel 5 (erfindungsgemäß) zeigt erneut die unterschiedliche Reaktion.

Auch ist es überraschend, daß die Difluorchlormethoxyverbindungen (DE-A-2 117 650, Beispiele) nur unter Druck, hingegen die erfindungsgemäßen Stoffe auch drucklos (Beispiel 2 und 3) hergestellt werden können. Es war ebenfalls im Hinblick auf DE-A-2 117 650 überraschend, daß bei der erfindungsgemäßen Umsetzung die Trifluormethylverbindungen in hoher Ausbeute und nicht im Gemisch mit wesentlichen Mengen an Difluor- und Monofluormethylverbindungen erhalten werden. Das Verfahren nach DE-A-2 117 650 liefert entweder nur die Difluormethylverbindungen (Beispiele 1 bis 3) oder ein Gemisch der Difluor- und Monofluormethylverbindungen (Beispiel 4) oder ein Gemisch von Mono-, Di- und Trifluormethylverbindungen (Beispiel 5). Es liefert die Trifluormethylverbindung höchstens in einer Ausbeute von 5,6 % (Beispiel 5).

C.A. (loc. cit.) gibt zur Herstellung des Trifluormethylbenzoylchlorids nur ein Verfahren mit mehreren Stufen und unter Verwendung von Antimontrifluorid an. Aus Houben-Weyl (loc. cit.) konnte man nicht ersehen, in welcher Weise die sehr reaktive Chlorcarbonylgruppe die erfindungsgemäße Umsetzung beeinflusst. Entsprechend gibt Houben-Weyl (loc. cit.) keinen Hinweis darauf, ob und auf welche Weise alle 4 Chloratome der beim erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzten Ausgangsstoffe durch Fluor ersetzt werden können. Daß die Reaktion (Houben-Weyl, loc. cit.) durch die Carboxylgruppe nicht gestört wird, gibt lediglich einen Hinweis darauf, daß zwar eine Trifluormethylverbindung entstehen kann, die Carboxylgruppe aber unverändert bleibt; ein entsprechendes Verhalten der Chlorcarbonylgruppe mußte erwartet werden. Es war daher nicht zu vermuten, daß alle 4 Chloratome im Ausgangsstoff durch Fluoratome ersetzt werden können, und man hätte gerade im Hinblick auf Houben-Weyl (loc. cit.) nicht erwartet, daß Verbindungen mit nur 2 Fluoratomen an der Methylgruppe und einer Fluorcarbonylgruppe herstellbar sind.

Bevorzugte Ausgangsstoffe II und dementsprechend bevorzugte Endstoffe I sind solche, in deren Formeln X ein Chloratom oder Fluoratom bedeutet und R ein Wasserstoffatom, ein Bromatom, Chloratom oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bezeichnet. Die vorgenannten Reste können noch durch unter den Reaktionsbedingungen inerte Reste, z. B. Alkylreste oder Alkoxyreste mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, substituiert sein.

So kommen z. B. als Ausgangsstoffe II in Frage: m-Trichlormethylthiobenzoylchloride und entsprechend durch Brom, Chlor, Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, Butyl-, Isobutyl-, sek.-Butyl-, tert.-Butylgruppen in m-, o- oder p-Stellung am Phenylkern substituierte Benzoylchloride; entsprechende o- und p-Trichlormethylverbindungen.

Die Ausgangsverbindungen können miteinander mit stöchiometrischen Mengen oder zweckmäßig im Überschuß an Fluorwasserstoff, vorteilhaft im Verhältnis von 1,2 bis 100 Mol HF, vorzugsweise von 1,5 bis 20 Mol HF je Mol Trichlormethylthiobenzoylchlorid umgesetzt werden.

Die Umsetzung wird bei einer Temperatur von 10 bis 130 °C, für die Herstellung der Trifluormethyl-Verbindung von 40 bis 130 °C, insbesondere von 40 bis 80 °C, für die Herstellung der Difluormethyl-Verbindung zwischen 10 und 40 °C, insbesondere zwischen 10 und 30 °C, unter Druck oder drucklos, kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt.

Der Reaktionsdruck beträgt 1 bis 30 bar, für die Herstellung der Trifluormethyl-Verbindung 2 bis 30 bar, für die Herstellung der Difluormethyl-Verbindung 1 bis 10 bar. Das bei der Reaktion sich entwickelnde HCl-Gas wird dabei je nach gewünschtem Druck abgelenkt.

Die Reaktion kann ohne oder mit Lösungsmitteln erfolgen. Als Lösungsmittel kommen z. B. in Frage: Halogenkohlenwasserstoffe, insbesondere Brom- und Chlorkohlenwasserstoffe, z. B. Tetrachloräthylen,

1,1,2,2- oder 1,1,1,2-Tetrachloräthan, Amylchlorid, Cyclohexylchlorid, 1,2-Dichlorpropan, Methylenchlorid, Dichlorbutan, Isopropylbromid, n-Propylbromid, Butylbromid, Chloroform, Bromoform, Äthyljodid, Propyljodid, Chlornaphthalin, Dichlornaphthalin, Tetrachlorkohlenstoff, 1,1,1- oder 1,1,2-Trichloräthan, Trichloräthylen, Pentachloräthan, 1,2-Dichloräthan, 1,1-Dichloräthan, n-Propylchlorid, 1,2-cis-Dichlor-

- 5 räthylen, n-Butylchlorid, 2-, 3- und iso-Butylchlorid; aliphatische oder cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe, z. B. Pentan, Heptan,  $\alpha$ -Pinen, Pinan, Nonan, Benzinfraktionen innerhalb eines Siedepunk-  
tintervalls von 70 bis 190 °C. Cyclohexan, Methylcyclohexan, Dekalin, Petroläther, Hexan, Ligroin, 2,2,4-  
Trimethylpentan, 2,2,3-Trimethylpentan, 2,3,3-Trimethylpentan, Octan; und entsprechende Gemische.  
Zweckmäßig verwendet man das Lösungsmittel in einer Menge von 80 bis 10 000 Gewichtsprozent,  
10 vorzugsweise von 100 bis 600 Gewichtsprozent, bezogen auf Ausgangsstoff II.

Die Umsetzung kann ohne oder mit Katalysatoren wie Antimon-, Eisen-, Kobalt-, Nickel-, Mangan-, Titan-, Aluminium-, Borsowie Chrom-Verbindungen, z. B. die Fluoride, durchgeführt werden.

- Die Reaktion kann wie folgt durchgeführt werden: Fluorwasserstoff und das Trichlormethylthio-  
benzoylchlorid, gegebenenfalls im Gemisch mit Lösungsmitteln und/oder Katalysatoren werden bei der  
15 Reaktionstemperatur 0,5 bis 10 Stunden gerührt und die entstehende Salzsäure bei einem Druck  
zwischen 1 und 30 bar ausgekreist. Die überschüssige Flußsäure wird abdestilliert und kann im Kreis  
gefahren werden. Der Endstoff wird in üblicher Weise durch Destillation gereinigt. Es kann auch  
zweckmäßig sein, das Produkt mit Wasser mit oder ohne Zusatz eines mit Wasser nicht mischbaren  
Lösungsmittels zu waschen.

- 20 Die nach dem Verfahren der Erfindung erhältlichen Fluormethylthiobenzoylfluoride sind wertvolle  
Ausgangsstoffe für die Herstellung von Pflanzenschutzmitteln. So erhält man beispielsweise durch  
Umsetzung mit Anthranilsäuren Benzoxazinone mit ausgeprägter herbizider Wirkung (DE-OS 29 14 915).  
Die in den folgenden Beispielen aufgeführten Teile bedeuten Gewichtsteile.

#### 25 Beispiel 1

- In einem V4A-Autoklaven werden 1 540 Teile m-Trichlormethylthiobenzoylchlorid und 1 900 Teile  
Fluorwasserstoff 6 Stunden bei 70 °C gerührt. Durch Abgasen der entstehenden Salzsäure wird der  
Druck bei 10 bar gehalten. Die Apparatur wird entspannt, die überschüssige Flußsäure abdestilliert und  
30 das flüssige Reaktionsprodukt destilliert. Ausbeute 891 Teile (75 % der Theorie) m-Trifluormethylthio-  
benzoylfluorid,  $n_D^{25} = 1,4777$ ; Kp (5 mbar) 60 °C.

#### Beispiel 2

- 35 In einem Teflonkolben mit Rückflußkühler werden 650 Teile p-Trichlormethylthiobenzoylchlorid und  
500 Teile Fluorwasserstoff 7 Stunden unter Rückfluß (20 °C) drucklos erhitzt. Die Aufarbeitung ergibt  
nach dem Abdestillieren der Flußsäure 441 Teile (83 % der Theorie) p-Chlordifluormethylthiobenzoylflu-  
rid, Kp (16 mbar) 106-108 °C;  $n_D^{25} = 1,5144$ .

$^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ )  $\delta$  (ppm) (intern TMS):

- 40
- |                           |                           |                           |
|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| C <sub>1</sub> 127,22 (D) | C <sub>4</sub> 135,11 (S) | C <sub>7</sub> 156,61 (D) |
| C <sub>2</sub> 132,25 (S) | C <sub>5</sub> 136,04 (S) | C <sub>8</sub> 130,05 (T) |
| C <sub>3</sub> 136,04 (S) | C <sub>6</sub> 132,25 (S) |                           |

#### 45 Beispiel 3

- In einem Teflonkolben mit Rückflußkühler werden 2 600 Teile m-Trichlormethylthiobenzoylchlorid  
und 2 000 Teile Fluorwasserstoff 7 Stunden bei 1 bar unter Rückfluß gerührt (20 °C). Nach dem  
Abdestillieren der Flußsäure erhält man 1 965 Teile (82 % der Theorie) m-Chlordifluormethylthiobenzoyl-  
50 fluorid, Kp (0,2 mbar) 47-50 °C,  $n_D^{25} = 1,5089$ .

#### Beispiel 4

- In einem Autoklaven werden 270 Teile 3-Trichlormethylthio-4-chlorbenzoylchlorid und 500 Teile  
55 wasserfreie Flußsäure 8 Stunden bei 70 °C mit 20 bar gerührt. Das Produktgemisch wird auf Eiswasser  
gegeben, mit Methylenchlorid extrahiert und mit Wasser gewaschen. Ausbeute: 130 Teile (62 % der  
Theorie) 3-Trifluormethylthio-4'-chlorbenzoylfluorid, Kp (0,1 mbar) 41 °C.

$^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ ) (ppm) (intern TMS):

- 60
- |                          |                          |                          |
|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| C <sub>1</sub> 125,1 (D) | C <sub>4</sub> 147,9 (S) | C <sub>7</sub> 115,7 (D) |
| C <sub>2</sub> 140,8 (S) | C <sub>5</sub> 131,9 (S) | C <sub>8</sub> 129,2 (Q) |
| C <sub>3</sub> 126,5 (S) | C <sub>6</sub> 134,7 (S) |                          |

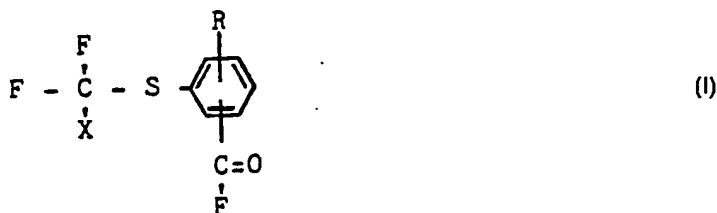
#### Beispiel 5

- 65 Analog Beispiel 1 wird die Umsetzung, jedoch mit 1 540 Teilen p-Trichlormethylthiobenzoylchlorid

und 1 900 Teilen Flußsäure, durchgeführt. Man erhält p-Trifluormethylthiobenzoylfluorid vom Kp (16 mbar) 85-89 °C in einer Ausbeute von 70 % der Theorie ;  $n_D^{25} = 1,4829$ .

## 5 Patentansprüche

### 1. Verfahren zur Herstellung von Fluormethylthiobenzoylfluoriden der Formel



worin X ein Chloratom oder ein Fluoratom bedeutet, R ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom oder einen aliphatischen Rest bezeichnet, dadurch gekennzeichnet, daß man Trichlormethylthiobenzoylchloride der Formel

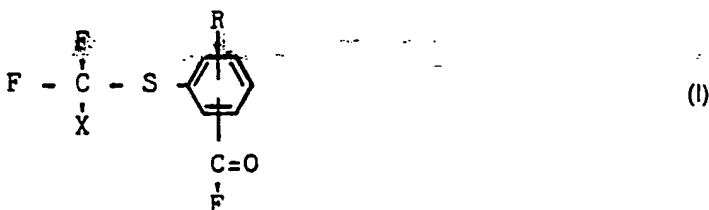


30 worin R die vorgenannte Bedeutung besitzt, mit 1,2 bis 100 Mol Fluorwasserstoff je Mol Ausgangsstoff II  
a) zur Herstellung der Trifluormethylthiobenzoylfluoride mit einer Temperatur von 40 bis 130 °C und einem Druck von 2 bis 30 bar oder

b) zur Herstellung der Difluormonochlormethylthiobenzoylfluoride zwischen 10 und 40 °C und einem Druck von 1 bis 10 bar

umsetzt.

### 2. Fluormethylthiobenzoylfluoride der Formel



worin X ein Chloratom oder ein Fluoratom bedeutet, R ein Wasserstoffatom, ein Halogenatom oder einen aliphatischen Rest bezeichnet.

## Claims

### 1. A process for the preparation of a fluoromethylthiobenzoyl fluoride of the formula



where X is chlorine or fluorine and R is hydrogen, halogen or an aliphatic radical, wherein one mole of a trichloromethylthiobenzoyl chloride of the formula



5

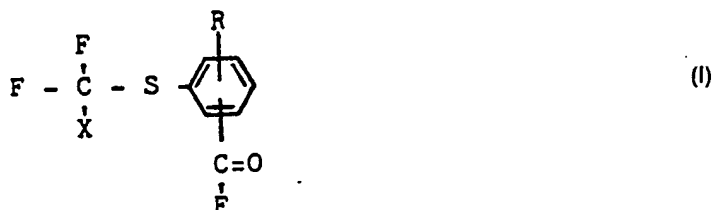
where R has the above meanings, is reacted with from 1.2 to 100 moles of hydrogen fluoride

a) at from 40 to 130 °C and under from 2 to 30 bar for the preparation of the trifluoromethylthiobenzoyl fluoride, or

b) at from 10 to 40 °C and under a pressure of from 1 to 10 bar for the preparation of the difluoromonochloromethylthiobenzoyl fluoride.

2. A fluoromethylthiobenzoyl fluoride of the formula

15



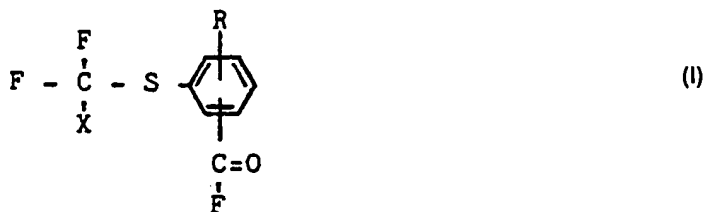
20

where X is chlorine or fluorine, and R is hydrogen, halogen or an aliphatic radical.

## 25 Revendications

1. Procédé de préparation de fluorures de fluorométhylthiobenzoyle de formule

30



35

dans laquelle X représente un atome de chlore ou de fluor, R représente un atome d'hydrogène, un atome d'halogène ou un reste aliphatique, caractérisé en ce que l'on fait réagir des chlorures de trichlorométhylthiobenzoyle de formule

40



45

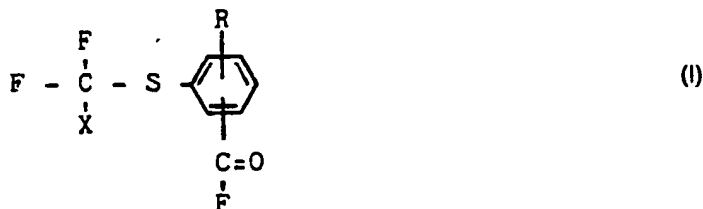
dans laquelle R a les significations indiquées ci-dessus, avec 1,2 à 100 moles de fluorure d'hydrogène par mole du composé de départ de formule II

a) à une température de 40 à 130 °C et une pression de 2 à 30 bars pour la préparation des fluorures de trifluorométhylthiobenzoyle, ou bien

b) à une température de 10 à 40 °C et une pression de 1 à 10 bars pour la préparation des fluorures de difluoromonochlorométhylthiobenzoyle.

2. Fluorures de fluorométhylthiobenzoyle de formule

55



60

dans laquelle X représente un atome de chlore ou de fluor, R un atome d'hydrogène, un atome d'halogène ou un reste aliphatique.

65